

BRIGHT ANNEALING PROCESS

Patent Number: JP54148112
Publication date: 1979-11-20
Inventor(s): NAKAGAWA SHIGESABUROU
Applicant(s): NAKAGAWA KK
Requested Patent: JP54148112
Application Number: JP19780057314 19780515
Priority Number(s): JP19780057314 19780515
IPC Classification: C21D1/26; C21D1/74; C22F1/08
EC Classification:
Equivalents: JP1244180C, JP59019187B

Abstract

Data supplied from the esp@cenet database - I2

THIS PAGE BLANK (USPTO)

⑫公開特許公報(A)

昭54-148112

⑪Int. Cl.²

識別記号

⑬日本分類

庁内整理番号

⑭公開 昭和54年(1979)11月20日

C 21 D 1/26

10 A 741

7217-4K

C 21 D 1/74

10 L 16

7217-4K

発明の数 1

C 22 F 1/08

10 A 710.1

7109-4K

審査請求 有

(全 5 頁)

⑮光輝焼鈍法

市川市八幡 4-14-20

⑯特 願 昭53-57314

⑰出 願 人 中川株式会社

⑱出 願 昭53(1978)5月15日

東京都台東区柳橋 1 丁目29番 7

⑲発 明 者 中川繁三郎

号

⑳代 理 人 弁理士 箕浦清

明 細 書

1. 発明の名称 光輝焼鈍法

2. 特許請求の範囲

1. 真ちゆう等の銅合金を実質的に酸素を含有しない水素ふん囲気中で光輝焼鈍するに際し、上記の金属材料を収容した密閉焼鈍炉内を一たん真空にしてから液体ちつ素からのちつ素ガスと水素ボンベからの水素ガスとを混合した混合ガスを炉内に少量宛供給してこれら混合ガスにより該金属材料並びに炉内の脱酸素及び脱炭のための洗浄を減圧下に反覆して行い、然る後この焼鈍炉内に外圧よりも若干高い内圧となるように上記の混合ガスを供給しかつこの混合ガスを補給しながら外圧よりも若干高い内圧を維持して炉内を金属材料の焼鈍温度まで昇温保持し引続き同一圧力条件下に冷却してから金属材料を炉内より取出すことを特徴とする光輝焼鈍法。

2. 混合ガス中における水素ガスの分圧を4%程度とした特許請求の範囲第1項記載の光輝

焼鈍法。

3. 混合ガスによる炉内の洗浄を炉内圧力が1/100 気圧程度の減圧下で実施する特許請求の範囲第1項又は第2項記載の光輝焼鈍法。

4. 昇温工程、焼鈍工程及び冷却工程において炉の内外圧力差を0.01kg/cm²程度とする特許請求の範囲第1項から第3項までのいずれか1項記載の光輝焼鈍法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は真ちゆうその他の銅合金を実質的に酸素を含有しない水素ふん囲気中で光輝焼鈍する方法に関するものである。

従来真ちゆう等の光輝焼鈍に当つてはベル炉又はポット炉中で水素の還元ふん囲気中でこれを行つているが、この場合大量の水素ガスを流して炉内の空気を置換しなければならぬので水素ガスの消費量が多くて不経済であるのみならず、水素と空気中の酸素との混合による爆発の危険もあり作業の安全管理の面で困難な問題をもっている。

又炉内ガスの露点をかなり下げておかないとガス中の水分が焼鈍時に熱分解して金属材料の表面を酸化するので十分な光輝焼鈍の効果は達成されない。

そこで光輝焼鈍炉に比較的安価でしかも大量に還元性ふん囲気を供給する方法として炉内でアンモニアクラッキングを行いちつ素と酸素との混合ガスふん囲気を現出する方法も提案されているが、この方法の場合そのふん囲気ガス中から水分を除去してその露点を十分に下げるには複雑で高価な設備を必要とする。

本発明はこのような問題点を解消するためになされたもので、以下これを詳述する。

光輝焼鈍すべき金属材料を収容した密閉焼鈍炉の内部を一たん 2 mm Hg 程度の真空にしてから液体ちつ素からのちつ素ガスと水素ポンペからの水素ガスを適宜に混合して水素ガスの分圧4%前後の混合ガスとしたものを少量宛注入し、これら混合ガスにより該金属材料並びに炉内の脱酸素及び脱湿のための洗浄を

減圧下に反覆して行い、然る後焼鈍温度までの加熱昇温中は膨脹する炉内のガス圧を逃すことも兼ねて焼鈍炉内に外圧よりも若干高い内圧となるように上記のちつ素と水素との混合ガスを注入しその際一方の口からは内部のちつ素と水素ガスを逃げるのを許すと共に該混合ガスを他方の口より補給して絶えず炉内の圧力を外圧よりも若干高めに維持せしめる。

そこで焼鈍温度、例えば真ちゅうの場合約 $500 \sim 550^\circ\text{C}$ に達したら暫時例えば $30 \sim 60$ 分そのまゝの温度に保持し、次に冷却の段階では炉内の収縮するガス体積に見合う以上の混合ガスを供給して絶えず炉内圧力が外圧より若干高くなるようにしておく。

このようにしてちつ素と水素の混合ふん囲気中で冷却してから金属材料を炉内より取出すことによつて所期の光輝焼鈍が達成される。

本発明の実施において炉内をちつ素と水素との混合ガスで洗浄するときの炉内の減圧度は $1/100$ 気圧以下とするのが望ましく、又

この洗浄工程、焼鈍工程次の冷却工程における水素ガスの分圧は4%程度で十分であり、前出の昇温工程、焼鈍工程、冷却工程における炉内外の圧力差は 0.01 kg 程度であればよい。

以上本発明法による利点を要約して別記すると次の通りである。

- (1) ちつ素源として液体ちつ素を用いているので酸素含有量は非常に少く又水分もないため焼鈍すべき金属材料の酸化度が余り進んでいない場合には高価な水素の使用量が非常に少くて済み経済的に極めて有利である。
- (2) しかも焼鈍工程及びその前後の工程を水素ガスの分圧4%程度の水素とちつ素との混合ガス中で実施するので爆発限界外で作業できるので作業管理面で極めて有利であり、又低コストで実施できることにもなる。
- (3) 焼鈍炉内を一たん 2 mm Hg 位にまで真空にしてから上記の混合ガスで $1/100$ 気圧

程度の減圧下で反覆して炉内を洗浄するので金属材料に付着ないし発生していた或いは炉内に残存していた微量の酸素ガス及び水分を系外に除去できるので、次の焼鈍工程では水素ガスの分圧が低い混合ガスふん囲気中でも十分な光輝焼鈍の効果が達成される。

- (4) 昇温工程、焼鈍工程及び冷却工程では炉内の混合ガスの圧力を絶えず外圧よりも $1/100$ 気圧程度高くしているので炉内に外気の入り込むおそれもなく安全であり、又所望の光輝焼鈍の効果が保証される。
- (5) 少量の混合ガスで炉内及び炉内の金属材料を予め洗浄する予備工程を設けたことにより光輝焼鈍の工程（その前後の昇温及び冷却も含む）に使用される混合ガスの使用量が極めて少くて済み、しかも高価な水素ガスは該混合ガス中4%前後と少量であるので、一層有利であり、かつ安全である等その工業的価値大である。

以下に本発明の実施例を示す。

P-1の第1図において⑨は伸線機で伸線した丹銅(Cu85%)の線材を示しこれを約500kgの線束(コイルでもよい)、としてある。

この線材⑨は伸線の際には予め約300℃で完全に蒸発し、しみの原因となる残渣を残さぬような潤滑剤を用いること、及び、捲取装置前に拭取装置を設置して余分の油等を出るだけ拭取しておくことが肝要である。トリクレンによる脱脂は概して行わない方がよく、適宜な油を選び且つよく拭取れば、線材表面に微量に油分が残つていても、又それを密にコイル等に捲取つても真空中に加熱することにより蒸発して仕上りに余り影響ない。

このような線材⑨を架台②の上に設けられた下部電気炉④上に架設されたボール⑩に引かけて積むがボール⑩は束が崩れないように積むためのものであり、その他製品によつて

N₂と水素ポンプ⑮からのH₂を容量比96:4位にしたもので、自動混合装置⑦で混合を行い、レシーバタンク⑧に貯められる。この操作で、一気圧下だと10回マツフル内の空気を交換するに要する13ℓのガスの1/100の0.13ℓでもつて同様の比率でO₂の含有率を下げる事が出来又気圧が1/100以下なので更に1/100以下にO₂含有率を下げる事が出来る。即ち $\frac{1}{100}$ のガスで100倍の効果を上げることが出来、もし、N₂+H₂ガス中のO₂含有量が1PPm以下なら略マツフル内のO₂含有量も1PPm以下にすることが出来る。

次にバルブV-①をしめ真空ポンプのスイッチを切り、バルブV-④をしめバルブV-②を開け、急速にマツフル内にガスを充たす。

真空ゲージ⑭は760mmHgに戻り、マツフル内の温度の上昇につれて7~10mmHg/分の速度で内圧が上昇してくる。

バルブV-③を締め、真空ゲージ⑭によつて

は適宜に設けられた棚等が用いられる。

次にマツフル(保護容器)③をクレーンで吊上げて、電気炉④にかぶせてから、締金⑥を締めて、マツフルと炉台間を密封する。マツフルの内径は約1,100mm、高さ1,400mm内容積約1,300ℓである。浄却管⑦に水を流し、次いでベル型電気炉④のスイッチを入れ、加熱を開始すると同時に第2図に示す真空ポンプ⑮のスイッチを入れる。尚その前にバルブV-③をしめV-①を開けるが、バルブV-③、V-④、V-⑤は閉まつている。約10分后にはマツフル③内の温度は50℃以上に達する、又真空度は2~3mmHgとなる。そこでバルブV-④、V-⑤を開け、微量注入バイパス回路⑬の圧力を調整して、極めて少量ずつ一たび1.3ℓ/分水-混合ガスを流して、マツフル内の残量空気を完全に置換する(約10分間)。この際真空度を8mmHg、即ち、 $\frac{1}{100}$ 気圧以上にならぬように注意する。混合ガスは液体もつ素タンク⑰からの

上昇する内圧(正圧)が約8mmHg(0.01kg/cm²)以内に止まるように、バルブV-③を開き、膨張するガスを逃がす。(0~18ℓ/分)、約2時間でマツフル内の温度は丹銅線の十分な焼鈍温度である550℃に達する。バルブV-④を再び開き、微量バイパス⑬を用いて微量のガスを補給しながら、約1時間そのままに保つ。

約1時間の保持時間後に電気炉のスイッチを切り、クレーンで吊り上げて除く、マツフルを急速に冷却するには冷却フードをかぶせて冷水噴霧を行うか、冷風を吹付ける。この際常に微量ガス注入バイパス⑬の圧力を調整して、マツフル内が減圧状態にならないように注意する。

マツフル内の温度が50℃位まで下がってから微量バイパス⑬を閉じ、バルブV-③を開いて空気を注入し、マツフルを除き、品物を取り出す。

丹銅線は完全に鈍され、(拡張力約28~

30 kg/m²) 且つその光沢、色沢は全く損われない。

真ちゆう線 (65% Cu、35% Znの場合) は 550℃では Zn の蒸発が激しいためか光沢が失われるので、500℃以下で行った方がよい。470℃位で行うと、美麗な光沢が損われない。

以上の如く、本発明の方法によると、

- ① 使用するガス量が極めて少ないにも拘らず (上記 500 kg の焼鈍において、96% N₂ + 4% N₂ ガスの使用量は一回最大 4 m³ にすぎない)
- ② 液体ちつ素からの N₂ ガスを主成分とし、H₂ ガスを約 4% 含む、極めて安全なガス (H₂ の爆発限界 4.1%) であると同時に、マッフル内の空気即ち O₂ を置換除去することが出来る。
- ③ 同時に揮発性の油を除いて、色沢に悪影響を与えない。
- ④ 極めて光沢のある、又色沢においても優れ

特開 昭 54-148112(4)

た Cu 合金の焼鈍が行われる。

- ⑤ 設備費、ガス代共コストが安く酸洗及びそれに伴う手間と、公害防止費用を勘案すると非常に経済的である。

4. 図面の簡単な説明

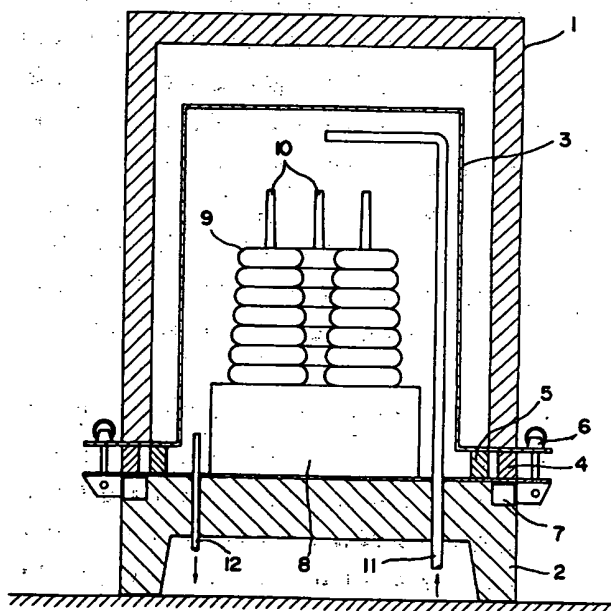
第 1 図は本発明方法の実施に用いられた光輝焼鈍炉の断面見取図、第 2 図は本発明方法の実施例における回路図である。

- 1 ----- ベル型電気炉
- 2 ----- 架台
- 3 ----- マッフル
- 4 ----- ゴムパッキング
- 5 ----- 耐熱シール
- 6 ----- 締 金
- 7 ----- 冷却管
- 8 ----- 下部電気炉
- 9 ----- 線 材
- 10 ----- ボール
- 11 ----- ガス入口

- 12 ----- 排気口
- 13 ----- 真空ポンプ
- 14 ----- 微量注入パイプ
- 15 ----- 液体ちつ素タンク
- 16 ----- 水素ボンベ
- 17 ----- 自動ガス定量混合装置
- 18 ----- レリーバタンク
- 19 ----- 流量計 (容量 0 ~ 30 l / 分)
- 19' ----- 流量計
- 20 ----- 一次圧力調整器
- 21 ----- 二次
- 22 ----- 圧力調整器およびバルブ
- 23 ----- 逆止弁
- 24 ----- パツキユームゲージ
- 25 ----- マノメータ
- 26 ----- レリーズバルブ

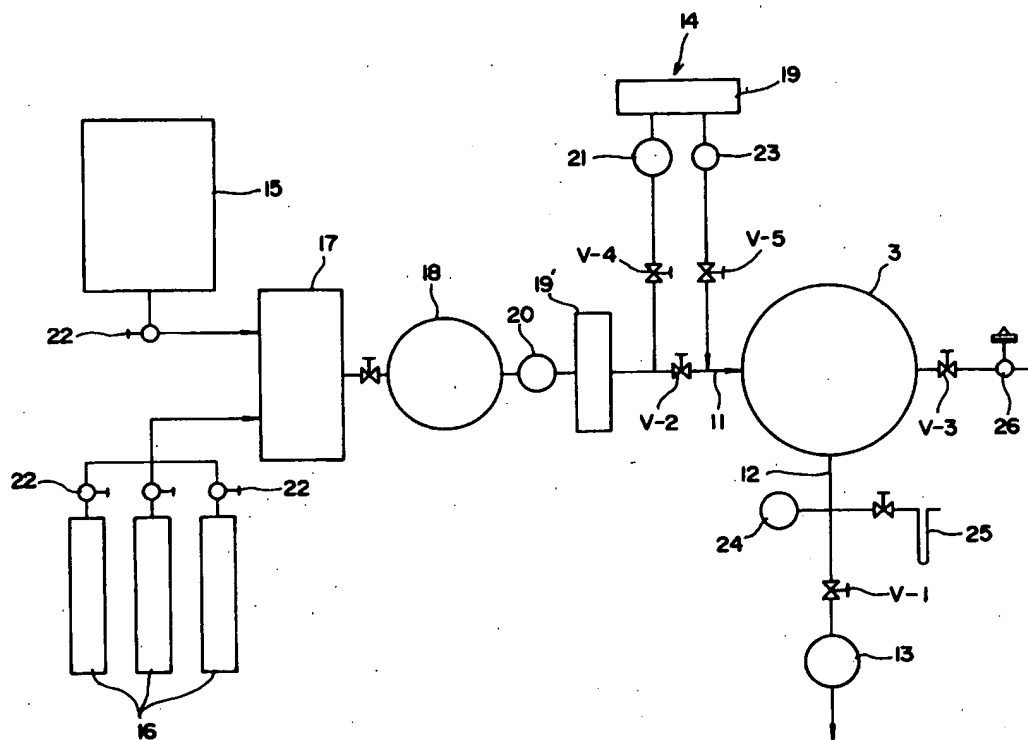
V-1 ~ V-5 ----- バルブ

第 1 図



代理人 箕 浦

第 2 図



THIS PAGE BLANK (USPTO)